

Rafael Cardoso de Andrade

**Estudo da resistência adesiva da resina bis-
acrílica ao bis-acrílico polimerizado,
em função do tratamento de superfície**

Mestrado em Reabilitação Oral



Rafael Cardoso de Andrade

Estudante do Mestrado de Reabilitação Oral da FMDUP

rafaelandrade.andrade@gmail.com

Estudo da resistência adesiva da resina bis- acrílica ao bis-acrílico polimerizado, em função do tratamento de superfície

Orientador: Professor Doutor José Mário Rocha

Professor Auxiliar da FMDUP

Coorientador: Professor Doutor Jaime Portugal

Professor Associado da FMDUL



Dissertação de candidatura ao grau de Mestre em Reabilitação
Oral apresentada à Faculdade de Medicina Dentária da
Universidade do Porto

Membros do conselho científico da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto

Prof. Doutor Miguel Fernando da Silva Gonçalves Pinto

Prof. Doutor João Fernando Costa Carvalho

Prof. Doutora Ana Paula Coelho Macedo Augusto

Prof. Doutor António Cabral de Campos Felino

Prof. Doutor António Marcelo de Azevedo Miranda

Prof. Doutor Afonso Manuel Pinhão Ferreira

Prof. Doutor César Fernando Coelho Leal da Silva

Prof. Doutor Filipe Poças de Almeida Coimbra

Prof. Doutor Germano Neves Pinto Rocha

Prof. Doutora Inês Alexandra Costa Morais Caldas

Prof. Doutora Irene Graça Azevedo Pina Vaz

Prof. Doutor João Carlos Antunes Sampaio Fernandes

Prof. Doutor José António Macedo Carvalho Capelas

Prof. Doutor Manuel José Fontes de Carvalho

Prof. Doutora Maria Benedita Almeida Garrett de Sampaio Maia

Prof. Doutora Maria Cristina Pinto Coelho Mendonça Figueiredo Pollmann

Prof. Doutora Maria Helena Guimarães Figueiral da Silva

Prof. Doutora Maria Helena Raposo Fernandes

Prof. Doutora Maria de Lurdes Ferreira Lobo Pereira

Prof. Doutor Mário Jorge Rebolho Fernandes Silva

Prof. Doutor Mário Ramalho Vasconcelos

Prof. Doutor Paulo Rui Galvão Ribeiro de Melo

Prof. Doutor Pedro Manuel Vasconcelos Mesquita

Prof. Doutor Pedro de Sousa Gomes

Prof. Doutor Ricardo Manuel C. L. Faria de Almeida

Dedicatórias

Dedico esta tese aos meus pais, por tudo o que fizeram e significam para mim.

Espero que tenham orgulho em mim da mesma forma que eu tenho em vocês.

À minha irmã, pela sua amizade e companheirismo.

E para a minha mulher, Ângela. És a luz que me guia nos bons e nos maus momentos.

Obrigado por seres quem és, obrigado por existires na minha vida.

Agradecimentos

Ao meu orientador Prof. Doutor José Mário Rocha na ajuda importante que me deu para conseguir concretizar este trabalho.

Ao meu coorientador Prof. Doutor Jaime Portugal, pela sua disponibilidade, paciência e por toda a sua grande experiência que ofereceu neste trabalho, da qual sem ela, não seria possível a realização do mesmo.

Ao Dr. Bruno Seabra, pelos conselhos e pela partilha de conhecimento que de forma tão generosa me ofereceu.

Ao Prof. Doutor João Sampaio Fernandes, conselheiro e orientador durante todo este meu trajeto, sempre disponível para transmitir todo o seu conhecimento e sabedoria as quais foram de grande relevância na minha contínua aprendizagem enquanto profissional.

À Dra. Manuel Lopes pela sua ajuda e disponibilidade.

À empresa Voco (Cuxhaven, Alemanha) pelo material disponibilizado para a realização deste trabalho.

Aos meus colegas do Mestrado em Reabilitação Oral pelo companheirismo.

Aos docentes do Mestrado de Reabilitação Oral por terem contribuído para a minha formação académica, por todos os ensinamentos e por toda a motivação durante este trajeto.

A todos aqueles que direta e indiretamente colaboraram para que este projeto chega-se ao fim.

Índice

1. Introdução.....	1
2.Objetivos.....	4
3. Material e Métodos.....	7
4. Resultados	18
5. Discussão	25
6. Conclusões	32
Referências Bibliográficas	34

Anexos

Resumo

Objetivos

Estudar a influência do tratamento de superfície, da aplicação de adesivo e do método de envelhecimento na resistência adesiva entre resina bis-acrílica pré-polimerizada e um novo incremento do mesmo material.

Material e Métodos

Foram produzidos 160 espécimes cilíndricos de resina bis-acrílica Structur3®, (Voco) com dimensões padronizadas de 7 mm de diâmetro e 4 mm de altura e armazenados em água destilada a 37 °C durante 30 dias.

Os 160 espécimes foram divididos de forma aleatória em 16 grupos experimentais de acordo com as diversas combinações possíveis entre o condicionamento da superfície do bis-acrílico envelhecido [1) sem condicionamento; 2) condicionamento com ácido fosfórico Vococid® (Voco); 3) jateamento com partículas de Al₂O₃, granulometria 50 µm; 4) asperização com broca diamantada], o protocolo adesivo [1) sem adesivo; 2) com adesivo Futurabond U® (Voco)], e o método de envelhecimento após adesão [1) 24 horas em água a 37 °C; 2) 2.500 ciclos (5-55 °C)].

A área de adesão foi uniformizada com 2,5 mm de diâmetro.

Após o envelhecimento dos espécimes, foram realizados testes de resistência adesiva a tensões de corte (SBS) (Instron, 1 kN, 1 mm/minuto).

Foi realizada a análise do tipo de falha de união (estereomicroscópio EMZ-8TR, 20x) e classificadas em adesiva, coesiva ou mista.

Os dados obtidos foram submetidos a análise estatística utilizando testes não paramétricos segundo os métodos de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney.

Resultados

Os valores médios de SBS variam entre 2,4 MPa e 17,2 MPa.

A utilização do Futurabond U® permitiu obter valores de SBS estatisticamente mais elevados ($p<0,001$) aos obtidos sem adesivo.

No grupo de espécimes fabricados sem adesivo, o condicionamento com Al_2O_3 ou com broca permitiu obter valores mais elevados ($p<0,01$) que os obtidos sem condicionamento ou com ácido fosfórico. No grupo de espécimes com Futurabond U®, a utilização de ácido fosfórico conduziu a valores estatisticamente inferiores ($p<0,01$) aos obtidos com as restantes três condições experimentais.

O tipo de falha foi influenciado tanto pela utilização de adesivo como pelo método de condicionamento da superfície do bis-acrílico envelhecido ($p<0,05$).

O método de envelhecimento não influenciou o SBS ($p=0,870$) nem o tipo de falha ($p=0,925$).

Conclusões

A utilização do adesivo universal testado permitiu aumentar, de uma forma estável, os valores de resistência adesiva do bis-acrílico reparado. O condicionamento mecânico da superfície do bis-acrílico deverá ser realizado quando o sistema adesivo não é utilizado.

Abstract

Objectives

To study the influence of surface treatment, the adhesive application and the time of aging in the bond strength between the pre-polymerized bis-acrylic resin and a further increment of the same material.

Material and Methods

One hundred and sixty cylindrical specimens of Structur3® bis-acrylic resin (Voco) with standard dimensions, 7 mm diameter and 4 mm in height, were produced and stored in distilled water at 37 °C for 30 days.

The 160 specimens were randomly divided into 16 experimental groups according to the possible combinations between surface treatment [1) no conditioning; 2) etching with phosphoric acid Vococid® (Voco); 3) blasting with 50 µm sized Al₂O₃ particles; 4) roughening with a diamond bur], adhesive protocol [1) no adhesive; 2) Futurabond U® (Voco)], and aging method after adhesion [1) 24 hours in water at 37 °C; 2) 2,500 cycles (5-55 °C)] .

The adhesion area was set with the dimension of 2.5 mm.

After the aging, shear bond strength (SBS) tests were performed (Instron, 1 kN, 1 mm/minute).

Failure mode was classified (EMZ stereomicroscope-8TR 20x amplification) as adhesive, cohesive or mixed type.

Data were statistically analyzed using non-parametric tests (Kruskal-Wallis e Mann-Whitney).

Results

The SBS mean values ranged between 2.4 MPa and 17.2 MPa.

The use of Futurabond U® allowed getting statistically higher ($p < 0.001$) SBS mean values from those obtained without the adhesive.

In the group of specimens produced without adhesive, conditioning with Al_2O_3 or with diamond bur allowed to obtain higher values ($p < 0.001$) than those without conditioning or with phosphoric acid.

In the group of specimens with Futurabond U®, the use of phosphoric acid has conducted to statistically lower values ($p < 0.001$) than those obtained with three other experimental conditions.

The failure mode was both influenced by adhesive and aged bis-acryl surface conditioning protocol ($p < 0.05$).

The aging method did not influenced the SBS ($p = 0.870$) nor the failure mode ($p = 0.925$).

Conclusion

The application of the tested universal adhesive increases, in a stable way, the repaired bis-acrylic bond strength. Mechanical surface conditioning of aged bis-acrylic should be performed when adhesive is not used.

Introdução

1. Introdução

A existência de coroas e pontes provisórias bem adaptadas é um importante passo para que os resultados clínicos possam ser otimizados (Balkenhol *et al* 2007).

O principal objetivo das restaurações provisórias é a proteção da estrutura do dente preparado contra os efeitos nocivos da alteração da temperatura, cargas mastigatórias e acumulação de placa bacteriana (Shilinburg *et al.* 1998; Burns *et al.* 2003; Kim *et al.* 2004).

No entanto, uma prótese provisória bem confeccionada tem também outras funções como a estabilização da posição dentária, manutenção da saúde gengival, garantia da função mastigatória, boa fonética assim como boa estética (Shilinburg *et al.* 1998; Burns *et al.* 2003; Wassel *et al.* 2002; Kim *et al.* 2004).

Frequentemente, as restaurações temporárias têm que permanecer na cavidade oral mais de 2 ou 3 meses.

Para permitir que estas restaurações permaneçam esse período de tempo prolongado, os materiais usados na sua confecção necessitam de ter resistência mecânica, estabilidade cromática, assim como permitir uma fácil reparação e rebasamento sempre que necessário.

As resinas compostas bis-acrílicas são atualmente muito utilizados para confecção de coroas provisórias. A reação de endurecimento das resinas bis-acrílicas poderá ser de auto ou dupla polimerização, possuem pouco monômero residual e são de trabalho fácil (Kerby *et al.* 2013; Young *et al.* 2001).

A resina bis-acrílica que tem como constituinte dimetacrilato de uretano (UDMA) apresenta uma melhor estética, boa estabilidade de cor e permite margens mais finas em comparação á resina de polimetilmetacrilato.(Balkenhol *et al.* 2008; Straseller *et al.* 2011; Kerby *et al.* 2013)

Outro fator a ter em conta relativamente a materiais de confecção de coroas e pontes

provisórias é a sua contração durante a polimerização, o que neste tipo de resina é relativamente baixa. Contudo os rebasamentos e as reparações são difíceis (Wassel *et al.* 2002).

Materiais provisórios à base de compósito podem abranger uma categoria bastante variável em virtude do fato de que eles são quimicamente compostos por uma combinação de dois ou mais tipos de material (Burns *et al.* 2003).

A maioria destes materiais usa uma resina bis-acrílica, um material hidrofóbico que é semelhante ao bis-GMA (Burns *et al.* 2003).

Estas resinas também contêm material inorgânico, o que vai diminuir a contração de polimerização e aumentar a resistência a abrasão (Hagge *et al.* 2002; Burns *et al.* 2003).

Estes materiais estão disponíveis como autopolimerização, dual (auto / luz visível) polimerização, ou fotopolimerização (Straseller *et al.* 2011).

O rebasamento das restaurações fixas provisórias pode ser necessário em diversas situações clínicas, nomeadamente, se a restauração provisória for danificada durante o fabrico, se for removida precocemente durante a polimerização, se existirem bolhas de ar no material e também se houver um desgaste excessivo das áreas marginais (Chen *et al.* 2008).

Estas últimas áreas também se podem danificar durante a função e durante a remoção da coroa. Por vezes, em casos de retração gengival, posterior ao desgaste dentário, ou em caso de necessidade de ajuste dos pontos de contacto, também poderá ser necessário rebasar as coroas provisórias (Hagge *et al.* 2002; Bohnenkamp e Garcia 2004).

É comum o rebasamento de coroas em resinas acrílicas ser feito com o mesmo material em que foram confeccionadas. Com o aparecimento de novos materiais de confeção de coroas provisórias, a forma como realizamos um possível rebasamento sofre também alterações, sendo necessário estudos que nos permitam avaliar qual o melhor protocolo.

O rebasamento / reparação das resinas bis-acrílicas apresenta-se como um grande desafio para o médico dentista. Se por um lado estas resinas apresentam diversas vantagens em relação às resinas tradicionais, por outro, alguns autores relatam que uns dos problemas destes rebasamentos prendem-se com o fato de haver uma fraca

resistência à fratura dos reparos em situações de grande carga oclusal ou mesmo elevadas forças de tração. (Koumjian e Nimmo, 1990; Bohnenkamp e Garcia, 2004)

Havendo dúvidas sobre o protocolo de rebasamento dos novos materiais para confecção de coroas provisórias, torna-se pertinente estudar a melhor forma de o realizar.

Objetivos

2.Objetivos

Neste trabalho, as hipóteses nulas em estudo foram as seguintes:

- A resistência adesiva do bis-acrílico reparado não é influenciada pelo método de condicionamento da superfície do bis-acrílico envelhecido a reparar.
- A utilização de um sistema adesivo universal não influencia a resistência adesiva do bis-acrílico reparado.
- O método de envelhecimento após a adesão não influencia a resistência adesiva.

Material e Métodos

3. Material e Métodos

Foram preparadas 160 espécimes de resina bis-acrílica Structur 3®, A3 (Voco gmbH, Cuxhaven, Alemanha. Lote 1346408 e validade 2015-11) de forma paralelepipedica com dimensões padronizadas, 7 mm de diâmetro e 4 mm de altura (Figura 1). Para o fabrico foi utilizado uma placa de silicone com diversos moldes com as dimensões acima referidas. Os moldes foram preenchidos com a resina bis-acrílica e sobre a placa de silicone colocado uma matriz de acetato seguida de uma placa de vidro, um peso de 2Kg foi colocado sobre a placa, uniformizando a pressão exercida.

Os espécimes foram removidos 10 minutos depois, após a sua polimerização total, sendo os excessos laterais removidos manualmente, sem entrar em contato com a zona a rebasar.



Figura 1 - Structur 3®, (Cuxhaven, Alemanha, Voco gmbH)

Após o fabrico, todos os espécimes foram armazenados durante 30 dias em água destilada a 37 °C (Figura 2).



Figura 2 - Estufa de Secagem Thermo Scientific Heraeus (Thermo Fisher Scientific, Inc Massachusetts, USA)

Os 160 espécimes de bis-acrílico envelhecido começaram por ser divididos de forma aleatória em 4 grupos, de acordo com o método de condicionamento de superfície utilizado:

1) Sem condicionamento – Os espécimes foram apenas lavados com jato de água durante 15 segundos e secos com jato de ar.

2) Condicionamento com Ácido Fosfórico – A superfície dos espécimes envelhecidos foi condicionada com ácido fosfórico a 35% (Vococid ®, Voco gmbH, Cuxhaven, Alemanha, lote 1417044, validade 2016-08) (Figura 3) durante 15 segundos. Em seguida, os espécimes foram lavados com jato de água durante 15 segundos e secados com jato de ar.

3) Condicionamento com jato de Al_2O_3 - A superfície dos espécimes envelhecidos foi sujeita ao condicionamento mecânico com jato de partículas de óxido de alumínio de 50 μm durante 15 segundos com pressão de 1,5 bar a 10mm distância. Os espécimes foram lavados em água corrente e colocados num banho de ultrassons (Elmasonic One, Elma) com álcool a 50%, durante 5 minutos. Por fim, foram lavados com jato de água durante 15 segundos e secados com jato de ar.

4) Condicionamento com broca diamantada – A superfície dos espécimes foi submetida à ação de uma broca cilíndrica diamantada de grão grosso F1R, montada em turbina, em alta rotação. Aplicando a broca com uma angulação de 180° relativamente à superfície do espécime, foram realizadas duas passagens, perpendiculares uma à outra. Os espécimes foram então lavados em água corrente e colocados num banho de ultrassons com álcool a 50%, durante 5 minutos. Por fim, foram lavados com jato de água durante 15 segundos e secados com jato de ar.

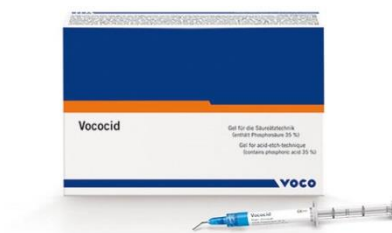


Figura 3 - Vococid®, (Cuxhaven, Alemanha, Voco gmbH)

Após o condicionamento de superfície, a área de adesão foi definida e uniformizada pela colocação de uma tira de acetato com um orifício de 2,5 mm de diâmetro (Figura 4).

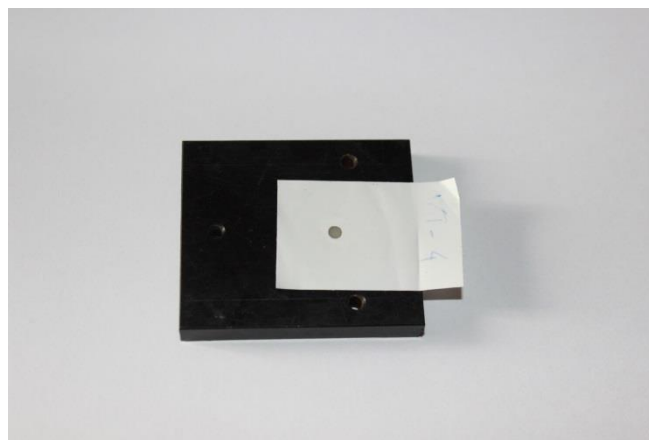


Figura 4 – Definição da área de adesão com tira de acetato

Os 40 espécimes de cada um dos grupos anteriormente referidos, foram então novamente divididos em 2 subgrupos de acordo com o protocolo adesivo utilizado:

1) Utilização do sistema adesivo Futurabond U – Após o condicionamento da superfície do bis-acrílico, foi sobre ela aplicado o sistema adesivo Futurabond U® (Cuxhaven, Alemanha, Voco gmbH, lote 1418108, validade 2015-09), de acordo com as normas do respectivo fabricante (Figura 5). O adesivo foi esfregado durante 20 segundos, seco com um jato de ar suave durante 5 segundos e fotopolimerizado (Bluephase 20i, 2.000 mw/cm², Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) durante 10 segundos, aplicando a ponta condutora de luz com uma angulação de 90° relativamente à superfície adesiva e o mais próximo possível desta.

2) Sem adesivo – Não foi aplicado qualquer tipo de sistema adesivo como promotor de adesão entre os dois incrementos de bis-acrílico.



Figura 5 - Futurabond U® (Cuxhaven, Alemanha, Voco gmbH)

Após o desenvolvimento do protocolo adesivo, foi aplicado o segundo incremento da resina bis-acrílica Structur 3® (Lote 1346408 e validade 2015-11), com uma dimensão padronizada de 4mm de diâmetro e de 5mm de altura utilizando uma anilha de borracha como molde (Figura 6).

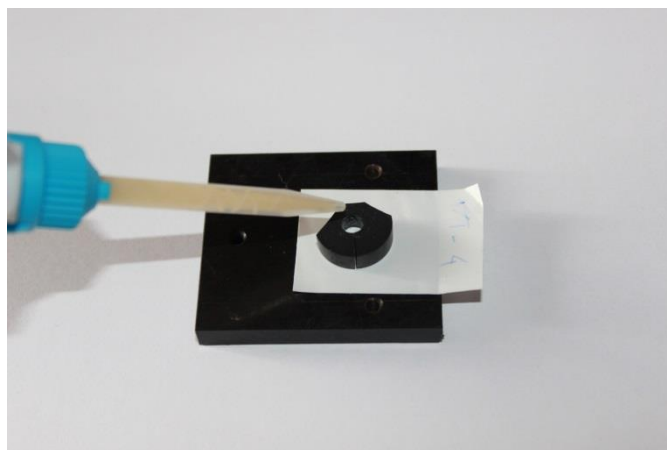


Figura 6 – Colocação do segundo incremento de bis-acrílico

Os 20 espécimes de cada subgrupo foram, por fim, novamente aleatoriamente dividido em 2 subgrupos, de acordo com o método de envelhecimento testado:

- 1) Água 24 horas – Os espécimes foram imersos em água destilada a 37 °C durante um período de 24 horas (Figura 7).
- 2) Termociclagem – Os espécimes foram submetidos a 2.500 ciclos térmicos, pela imersão alternada num banho de água destilada a 5 °C e num banho de água destilada a 55 °C. O tempo de imersão em cada banho foi de 10 segundos e o tempo de transferência entre banhos de 5 segundos (Figura 8).



Figura 7 – Espécimes colocados em água destilada por 24 horas a 37°C



Figura 8 – Termociclador (Aralab Equipamentos)

Desta forma, foram criados 16 grupos experimentais (n=10), que resultaram das diversas combinações possíveis entre os 4 métodos de condicionamento de superfície, 2 forma de aplicação do adesivo e 2 métodos de envelhecimento após a adesão (Tabela 1).

Grupo	Condicionamento de Superfície	Protocolo Adesivo	Tempo de Envelhecimento
I	Sem condicionamento	Sem Adesivo	24 Horas
II	H ₃ PO ₄		
III	Al ₂ O ₃		
IV	Broca		
V	Sem condicionamento	Futurabond U	
VI	H ₃ PO ₄		
VII	Al ₂ O ₃		
VIII	Broca		
IX	Sem condicionamento	Sem Adesivo	Termociclagem - 2.500 ciclos (5-55° C)
X	H ₃ PO ₄		
XI	Al ₂ O ₃		
XII	Broca		
XIII	Sem condicionamento	Futurabond U	
XIV	H ₃ PO ₄		
XV	Al ₂ O ₃		
XVI	Broca		

Tabela 1 - Tabela com apresentação dos 16 grupos experimentais (n=10).

Após o respetivo período de envelhecimento, os espécimes foram montados com gesso em placas de teste de Watanabe (Watanabe *et al.* 2000) e foram realizados os testes mecânicos de resistência adesiva a tensões de corte utilizando a máquina Instron, com célula de carga de 1 kN e uma velocidade de 1 mm/minuto (Figura 9). O valor da carga exercida no momento da fratura foi dividido pela área da superfície adesiva de forma a calcular a resistência adesiva a tensões de corte de cada espécime que foi expressa em MegaPascal (MPa).

Aos espécimes cuja falha ocorreu durante a manipulação ou procedimento de termociclagem foi atribuído valor médio calculado entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero.



Figura 9 – Máquina de testes Universal Instron (Instron Ltd., Bucks, HP123SY, England)

Após a fratura dos espécimes, foi realizada a análise do tipo de falha de união utilizando estereomicroscópio EMZ-8TR com magnificação de 20x (Figura 10). A falha foi classificada em:

- 1- Falha Adesiva - quando a falha ocorre na interface adesiva entre os dois

incrementos de bis-acr lico;

- 2- Falha Mista - quando a falha ocorre ao longo da interface adesiva mas envolveu tamb m a fratura coesiva de um dos incrementos de bis-acr lico;
- 3- Falha Coesiva – quando a falha ocorre por fratura de um dos incrementos da resina bis-acr lica.



Figura 10 - Estereomicrosc pio EMZ-8TR (Meiji Techno EMZ-8TR - Meiji Techno Co., Saitama, Japan)

A an lise estat stica dos dados foi realizada com um programa inform tico Statistical Package for the Social Sciences – IBM SPSS Statistics Vers o 21 para Mac (IBM Corporat stico)

N o se tendo verificado a normalidade da distribui  o da amostra (teste de Kolmogorov-Sminorv, $p < 0,001$) nem a sua homocedasticidade (teste de Levene, $p < 0,001$), os dados de resist ncia adesiva foram submetidos a testes estat sticos n o param tricos, segundo os m todos de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney com corre  o de Bonferroni.

Os dados do tipo de falha de uni o, devido   sua natureza, foram tamb m submetidos a testes estat sticos n o param tricos, segundo os m todos de Kruskal-Wallis e Mann-

Witheney com correção de Bonferroni.

Resultados

3.Resultados

Numa primeira tabela descritiva dos dados é possível observar que os valores médios de SBS variam entre 2,4 MPa no grupo II e 17,2 MPa no grupo XVI e que o tipo de falha foi de uma forma quase geral, com exceção no grupo XV E XVI, predominantemente adesiva (Tabela 2).

Na realização da estatística inferencial dos dados, verificamos que a utilização do adesivo Futurabond U® permitiu obter valores de SBS estatisticamente mais elevados ($p < 0,001$) do que os obtidos sem adesivo (figura 11).

No grupo de espécimes fabricados sem adesivo, o condicionamento mecânico com Al_2O_3 ou com broca diamantada permitiu obter valores de SBS mais elevados ($p < 0,01$) que os obtidos sem condicionamento ou com aplicação de ácido fosfórico (Figura 12), enquanto que no grupo de espécimes fabricados com Futurabond U®, a utilização de ácido fosfórico conduziu a valores estatisticamente inferiores ($p < 0,01$) aos obtidos com os restantes três condicionamentos experimentais. (Figura 13).

O método de envelhecimento não influenciou o SBS ($p = 0,870$) (Figura 14).

Relativamente ao tipo de falha de união o resultado foi influenciado pela utilização de protocolo adesivo, tendo nos grupos com adesivo variado o tipo de falha sendo tanto adesiva, coesiva como também mista, enquanto que no grupo sem adesivo o tipo de falha foi predominantemente adesiva (Figura 15)

O condicionamento da superfície do bis-acrílico envelhecido foi relevante nos grupos com aplicação de adesivo ($p < 0,05$) (Figura 16), enquanto que nos grupos sem adesivo não houve diferenças estatisticamente significativas relativas ao tipo de falha de união (Figura 17).

O método de envelhecimento não influenciou o tipo de falha, não havendo diferenças estatisticamente significativas entre grupos ($p = 0,925$) (Figura 18)

	Estatística descritiva								
Grupo	Condicionamento de Superfície	Protocolo Adesivo	Tempo de Envelhecimento	N	SBS		Tipo de Falha		
					Média	Desvio Padrão	Adesiva	Mista	Coesiva
I	Sem condicionamento	Sem Adesivo	24 Horas	10	3,0	1,18	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
II	H ₃ PO ₄			10	2,4	1,16	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
III	Al ₂ O ₃			10	5,7	2,26	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
IV	Broca			10	4,9	1,90	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
V	Sem condicionamento	Com adesivo		10	14,1	6,03	2 (20 %)	6 (60%)	2 (20 %)
VI	H ₃ PO ₄			10	5,4	3,26	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
VII	Al ₂ O ₃			10	12,9	3,43	8 (80%)	1 (10%)	1 (10%)
VIII	Broca			10	15,6	5,51	3 (30%)	4 (40%)	3 (30%)
IX	Sem condicionamento	Sem Adesivo	Termociclagem - 2.500 ciclos (5-55° C)	10	2,5	1,08	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
X	H ₃ PO ₄			10	2,4	1,14	9 (90%)	1 (10%)	0 (0%)
XI	Al ₂ O ₃			10	8,2	1,99	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
XII	Broca			10	7,6	3,43	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
XIII	Sem condicionamento	Com adesivo		10	13,0	5,67	5 (50%)	5 (50%)	0 (0%)
XIV	H ₃ PO ₄			10	3,1	1,26	10 (100%)	0 (0%)	0 (0%)
XV	Al ₂ O ₃			10	10,8	7,04	7 (70%)	1 (10%)	2 (20 %)
XVI	Broca			10	17,2	5,25	1 (10%)	7 (70%)	2 (20 %)

Tabela 2 – Valores médios de resistência adesiva com desvios padrão e distribuição do tipo de falha de união de acordo com os 16 grupos experimentais.

Estatística Inferencial

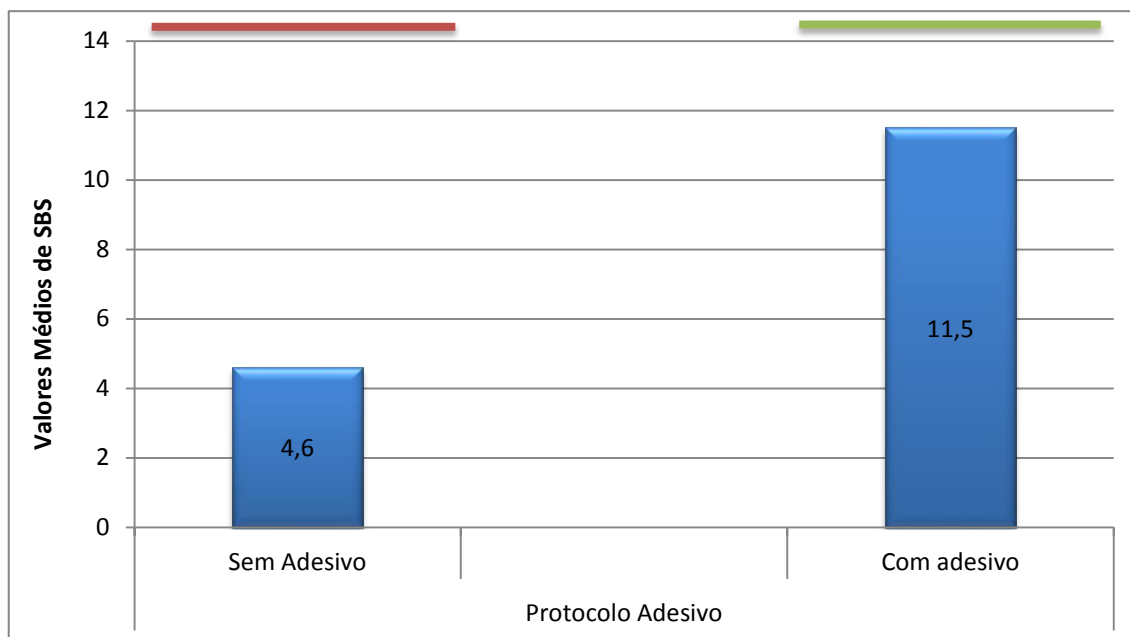


Figura 11 - Resistência adesiva ao corte (MPa) em função do protocolo adesivo. Existem diferenças estatisticamente significativas entre os dois protocolos de adesão ($p < 0,001$).

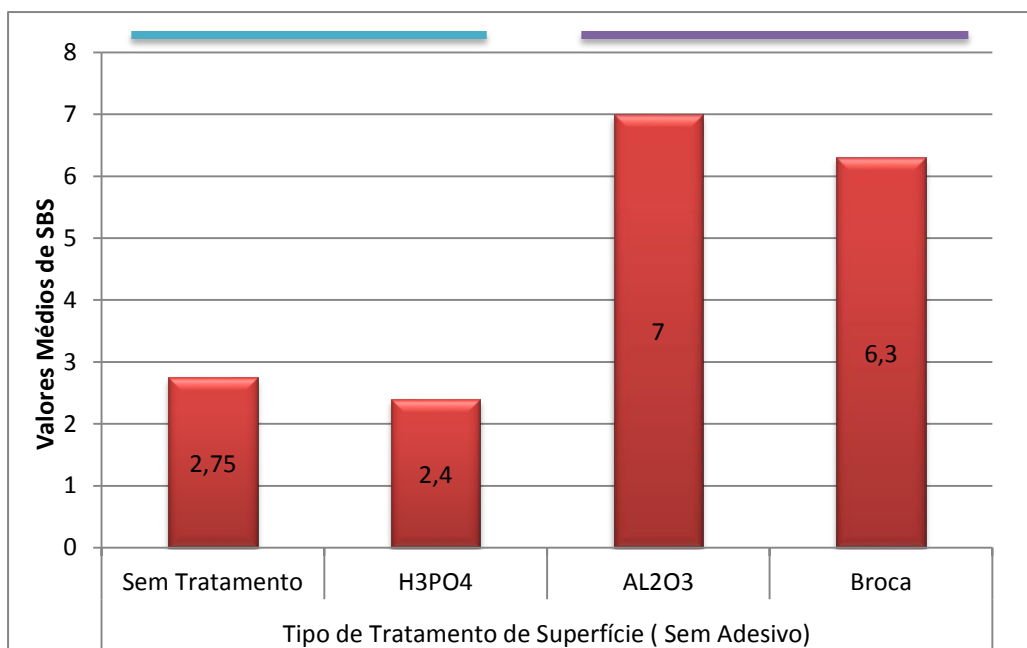


Figura 12 - Resistência adesiva ao corte para os espécimes em que não foi utilizado sistema adesivo (MPa), em função do tratamento de superfície. Não existe diferença estatisticamente significativa entre grupos representados sob a mesma linha horizontal ($p \geq 0,05$).

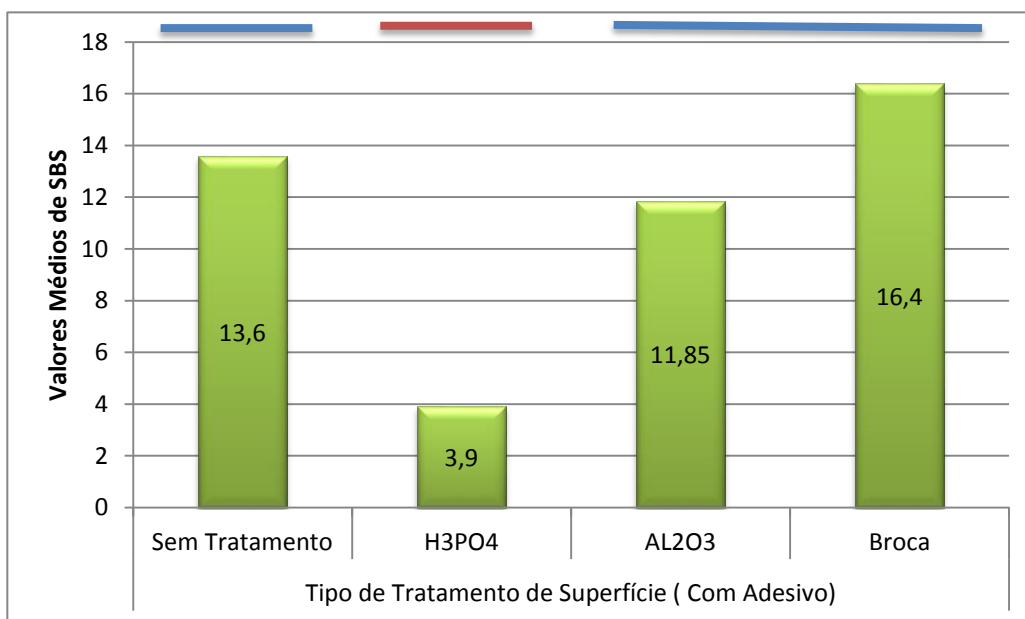


Figura 13 - Resistência adesiva ao corte (em MPa) em função do tratamento de superfície e com protocolo adesivo. Grupos sob linha de cores diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p < 0,05$).

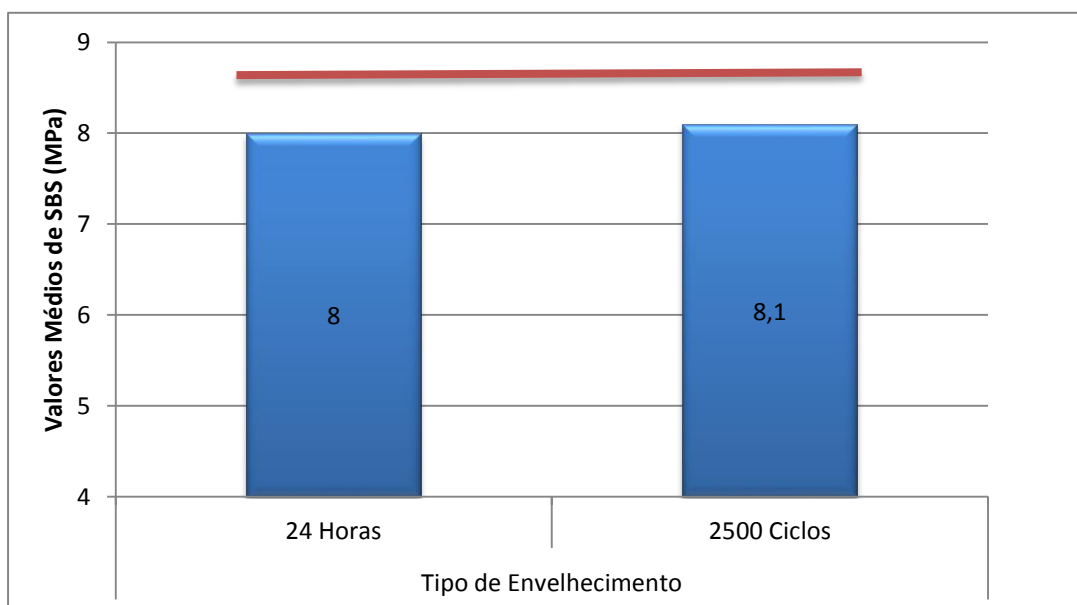


Figura 14 - Resistência adesiva ao corte (MPa) em função do modo de envelhecimento. Não existe diferença estatisticamente significativa entre grupos ($p = 0,870$).

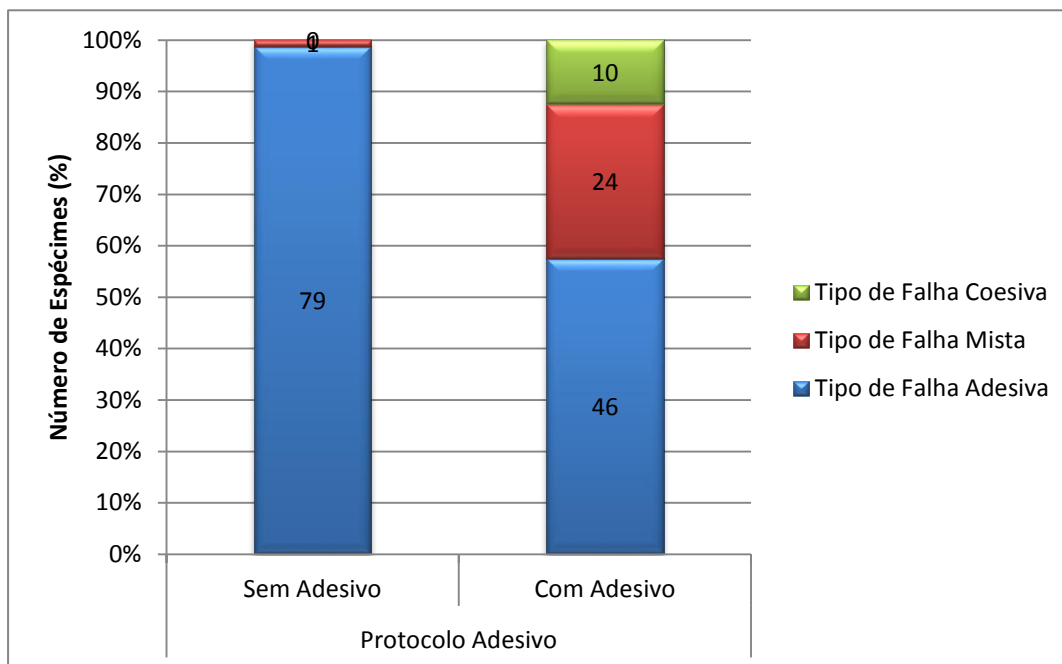


Figura 15 – Tipo de falha de união em função do protocolo adesivo. Existe diferenças estatisticamente significativas entre grupos ($p < 0,001$).

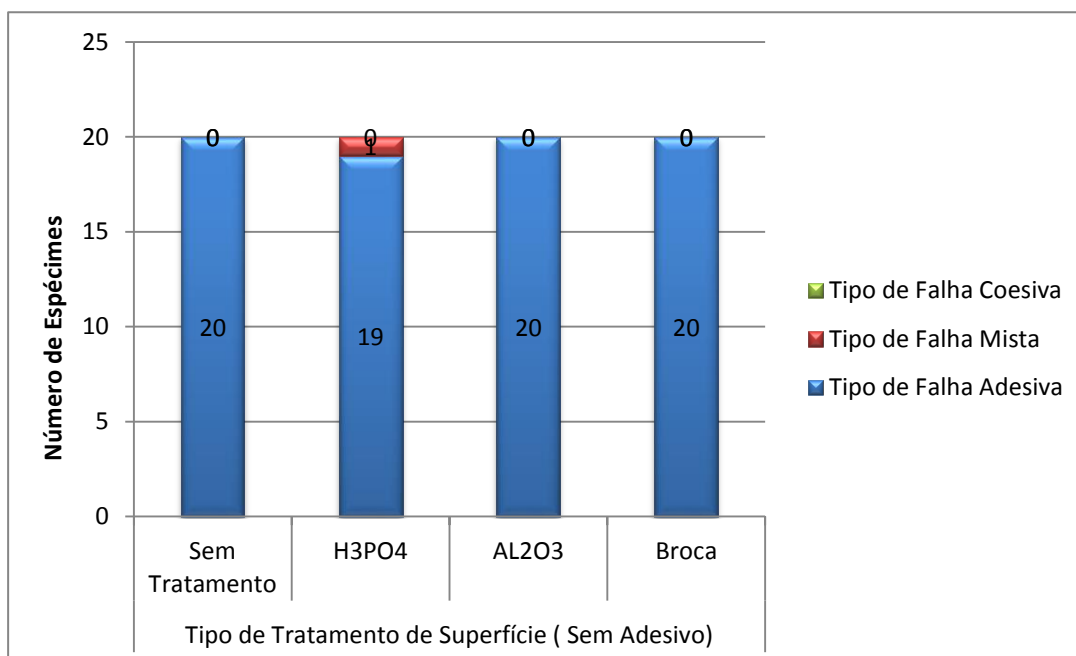


Figura 16 – Tipo de falha de união em função do tratamento de superfície sem aplicação de adesivo. Não existe diferença estatisticamente significativa entre grupos ($p = 0,392$).

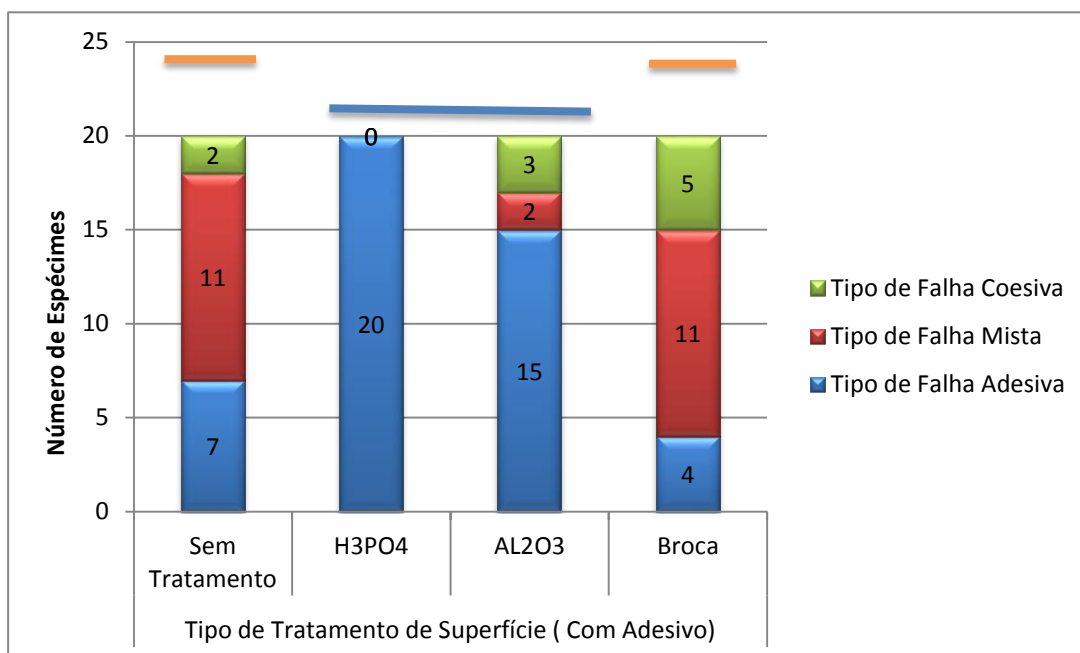


Figura 17 – Tipo de falha de união em função do tratamento superfície mais a aplicação de adesivo. Grupos sob linha de cores diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p < 0,05$).

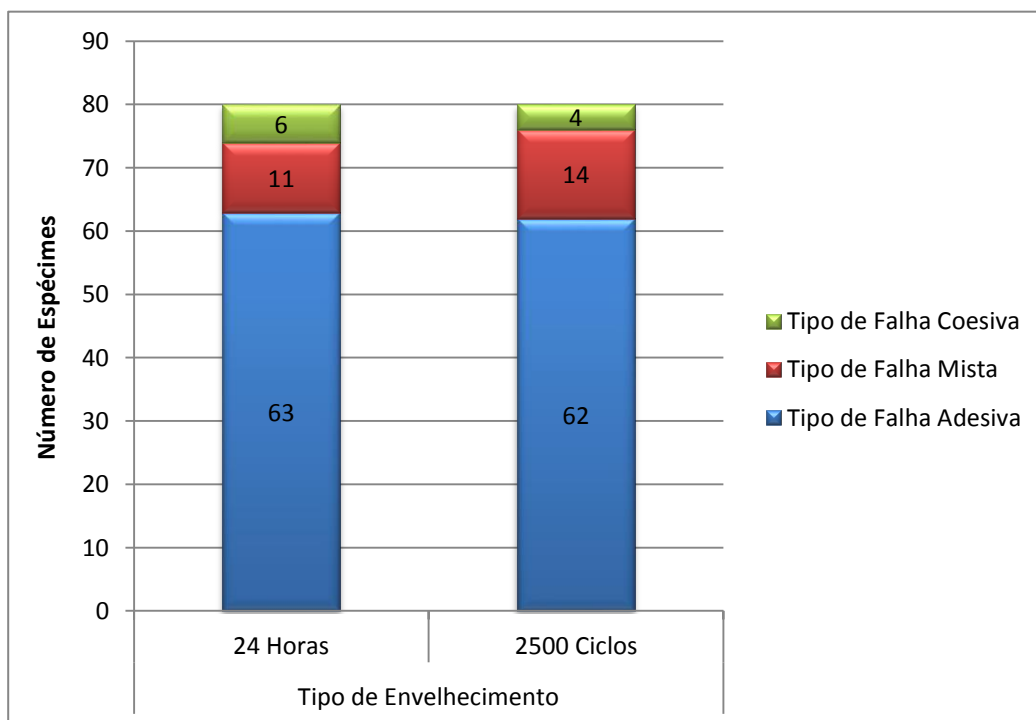


Figura 18 – Tipo de falha de união em função do modo de envelhecimento.

Não existe diferença estatisticamente significativa entre grupos ($p = 0,925$).

Discussão

4. Discussão

Encontrar o melhor protocolo de reparação ou de rebasamento dos novos materiais para a produção de coroas provisórias, é um importante desafio com grande utilidade no dia-a-dia clínico.

No presente estudo, quatro condicionamentos de superfície, a utilização de um protocolo adesivo com Futurabond U® e o tipo de envelhecimento com 24 horas em água destilada ou com 2500 ciclos de termociclagem foram investigados.

Como vários estudos têm demonstrado, a resistência adesiva do reparo ou rebasamento depende de diversos fatores como o tempo de armazenamento do material e do reparo, as características químicas do material a restaurar e o tipo de condicionamento de superfície (Hagge *et al.* 2002; Boonstein *et al.* 2005; Chen *et al.* 2008).

Num estudo realizado por Balkenhol *et al.* 2008, os resultados permitiram confirmar que a força de adesão do reparo variou significativamente com os diferentes materiais, tempo de armazenamento e condicionamento de superfície. Os autores concluíram também que a qualidade de reparo dos dimetacrilatos depende muito das características do material.

Outros estudos que avaliaram a resistência adesiva de uma ligação seja o substrato a cerâmica, zircônia, resina composta, acrílica ou bis-acrílica, estudaram a influência do condicionamento de superfície através do jateamento com óxido de alumínio, aplicação de ácido fosfórico ou asperização com broca (Brosh *et al.* 1997; Hagge *et al.* 2002; Ozcan *et al.* 2004; Boonstein *et al.* 2005; Balkenhol *et al.* 2008; Seabra *et al.* 2013; Almeida *et al.* 2013;).

Para aumentar a resistência adesiva no reparo da resina bis-acrílica, a utilização de um adesivo intermediário foi já avaliada em anteriores estudos (Hagge *et al.* 2002; Seabra *et al.* 2013).

Neste trabalho utilizou-se o adesivo futurabond U®. Sendo um adesivo universal,

consegue ligar-se a todos os materiais à base de resina sem a necessidade de quaisquer ativadores ou primers. (Voco, 2013)

Como indicado pelo próprio fabricante na reparação de peças provisórias já usadas, e de forma a aumentar a adesão é aconselhada a aplicação de um adesivo, embora seja depois indicada a aplicação de compósito fluído (Voco, 2013)

Restaurações provisórias têm várias funções, tais como proteção dentária, moldagem e tratamento gengival, permitir a função e estabilidade oclusal, proporcionar estética aceitável até final do tratamento e ajuda no diagnóstico e avaliação do tratamento que está a ser realizado, por esses motivos, muitas vezes podem permanecer em boca por um tempo considerável (Wassel *et al.* 2002).

A utilização dos 2500 ciclos térmicos pretendeu simular um tempo de utilização em boca durante cerca de três meses da coroa provisória assim como outras reconstruções feitas com materiais provisórios. (Balkenhol *et al.*, 2008; Hagge *et al.* 2002; De Munck *et al.* 2005)

A termociclagem é uma técnica muito utilizada para o envelhecimento artificial. A ISO TR 11450 padrão (1994) indica que a termociclagem composta de 500 ciclos de água entre 5 e 55 ° C é um teste de envelhecimento artificial adequado. No entanto, este número de ciclos é provavelmente demasiado baixo para a obtenção de um efeito de envelhecimento correto. (Miyazaki *et al.* 1998; Gale e Darvell, 1999; Nikaido *et al.* 2002).

Como referido por De Munk *et al.* 2005, uma meta-análise (Leloup *et al.* 2001), de dados publicados entre 1992 e 1996, concluiu que a termociclagem não tem efeito significativo sobre a resistência de união, embora a maioria dos estudos incluídos na meta-análise foi realizada após o Padrão ISO de 500 ciclos (número médio de ciclos no estudos analisados foi de 630).

Neste estudo optou-se por utilizar o teste a tensões de corte pelo seu amplo uso em estudos que avaliam a resistência adesiva de um rebasamento/ reparo. (Hagge *et al.* 2002; Balkenhol *et al.* 2008; Seabra *et al.* 2013; Shim *et al.* 2014)

Neste teste, a união é rompida por uma força aplicada paralelamente à interface adesiva.

(Garcia et al., 2002)

Na análise dos resultados obtidos, a utilização de protocolo adesivo com futurabond U®, resultou num aumento estatisticamente significativo ($p < 0,05$) dos valores médios de SBS em relação aos grupos sem utilização de adesivo.

Ao avaliarmos o tipo de falha o protocolo adesivo também influenciou nos resultados, sendo que o grupo com adesivo teve variados tipos de falha, enquanto que no grupo sem adesivo, o tipo de falha foi quase na totalidade adesiva, revelando uma menor força de adesão.

Resultados semelhantes foram relatados no estudo realizado por Seabra *et al.* 2013, no qual, a aplicação de um sistema de adesivo intermediário promoveu uma maior resistência adesiva na reparação da resina bis-acrílica por resina fluída.

Por outro lado um estudo realizado por Hagge *et al.* 2002, revelou que a utilização de adesivo resultou em valores inferiores de SBS da união resina bis-acrílica/resina fluída.

Uma das explicações para o aumento de SBS encontrada neste trabalho poderá estar na fluidez que este adesivo apresenta, diminuindo a tensão superficial, o que vai permitir penetrar em microretenções da superfície, aumentando a resistência adesiva da ligação.

Estes adesivos universais prometem bons resultados de adesão a diversos substratos tais como - resinas, cerâmicas, metais, zircónia.

De uma forma geral, para a reparação de qualquer compósito envelhecido é preconizado a utilização de um adesivo fluído por si só ou juntamente com preparação mecânica, com vista a aumentar a adesão sobre uma resina. (Mitsaki *et al.* 1991; Yap *et al.* 1998) (Shortall *et al.* 1996).

Contudo, todos estes estudos, examinaram especificamente a reparação direta de compósitos restauradores, os quais, embora sejam quimicamente semelhantes à resina bis-acrílica, têm significativamente maior teor de carga do que o bis-acrílico ou de compósito de baixa viscosidade.

Relativamente ao condicionamento de superfície, ao avaliarmos a resistência adesiva ao corte, o condicionamento mecânico foi importante e fez diferenças estatisticamente

significativas, principalmente no grupo sem adesivo.

No entanto, quando avaliamos o tipo de falha, as diferenças estatisticamente significativas foram identificadas apenas no condicionamento mecânico dos espécimes que receberam aplicação de adesivo.

No grupo dos condicionamentos de superfície sem adesivo, os espécimes asperizados com broca diamantada e os espécimes jateados com Al_2O_3 apresentaram melhor SBS que os outros.

Estes resultados vão de acordo com estudos anteriores aos quais, jateamento com óxido de alumínio (Seabra *et al.* 2013; Almeida *et al.* 2013), e asperização da superfície com uma broca de diamante apresentaram-se como principais métodos para aumentar a resistência adesiva a resinas provisórias. (Blakey e Mah, 2010; Jabbary *et al.* 2014)

Estes dois métodos de condicionamento criam irregularidades possibilitando ao bis-acrílico penetrar e aumentar a resistência micromecânica.

No lado contrário a aplicação de ácido fosfórico não criou microrretenções na superfície da resina bis-acrílica polimerizada.

No grupo de espécimes fabricados com futurabond U®, a utilização de ácido fosfórico conduziu a valores estatisticamente inferiores ($p < 0,01$) aos obtidos com as restantes três condições experimentais.

Embora o condicionamento com ácido fosfórico convencional seja eficaz para o esmalte, este é ineficaz para a preparação de superfícies de cerâmica (Kocaderelli *et al.* 2004; Ozcan *et al.* 2004).

Almeida *et al.* 2013 num estudo sobre o efeito do tratamento de superfície de coroas provisórias na resistência adesiva ao corte dos brackets, dos 6 grupos testados, 3 deles foram condicionados com ácido fosfórico seguido de adesivo transbond (3M/ unitek, Monrovia, California), esses grupos apresentaram menor resistência adesiva relativamente aos outros 3 grupos em que foi aplicado Duralay/Reliance,(Worth, USA).

Contudo, os baixos valores de adesão com o ácido fosfórico, principalmente seguido de adesivo em comparação com apenas ácido fosfórico pode indicar tratar-se de alguma interação química com o bis-acrílico, o que necessita próximas investigações para

determinação mais profunda.

Uma possível explicação prende-se com a ação do ácido fosfórico que poderá ocupar os terminais químicos existentes no bis-acrílico ao qual os monómeros fosfatados existentes no Futurabond U se iriam ligar.

Processo semelhante acontece quando temos zircónia como substrato esta hipótese leva-nos a outra questão relacionada com a hipótese ou não do Structur 3® ter partículas de zircónia como carga.

Nos espécimes que não foram submetidos a nenhum condicionamento mecânico, apresentaram de uma forma geral, valores inferiores de SBS.

Procedimentos de reparação utilizando o mesmo material ou do mesmo grupo químico que a restauração provisória já foi publicada por alguns estudos (Vahidi, 1987; Shillingburg *et al.* 1998)

Shim et al. 2014, num estudo de avaliação da resistência adesiva ao corte de 4 materiais reparadores aplicados a resina bis-acrílica Luxatemp, chegou à conclusão que os valores mais elevados de SBS foram encontrados no grupo da resina bis-acrílica rebasada com o mesmo material, Luxatemp.

Neste nosso estudo utilizando o mesmo bis-acrílico, ou seja, o mesmo material envelhecido e reparador, não se conseguiu os mesmos valores elevados de SBS.

Provavelmente, ao fim de 30 dias em água já praticamente não haverá grupos de metacrilato disponíveis para reagir com o bis-acrílico reparador, não promovendo assim, a união química entre os dois incrementos.

Relativamente ao método de envelhecimento, os valores de SBS assim como o tipo de falha de adesão das amostras submetidas a 2500 ciclos de termociclagem não foram estatisticamente diferentes dos grupos que foram submetidos apenas a 24 horas de envelhecimento em água destilada a 37°C.

Estes resultados parecem-nos indicar que a adesão conseguida é estável durante os 3 meses.

Estes resultados não são similares a resultados encontrados em estudos anteriores que

revelaram valores de SBS estatisticamente inferiores com a utilização de termociclagem (Koumjian *et al.* 1990; Hagge *et al.* 2002; Balkenholl *et al.* 2008).

O facto de neste estudo não haver diferenças estatisticamente significativas poderá estar relacionada com o facto de o reparo de restaurações envelhecidas ser menos previsível do que restaurações provisórias recém-fabricadas, pois contêm um menor volume de radicais livres.

As resinas bis-acrílicas, sendo de natureza muito semelhante ao convencional bis- GMA das restaurações a compósito, apresentam alta densidade de ligações cruzadas durante a polimerização deixando praticamente de existir radicais livres após as primeiras 24 horas (Tezvergil *et al.* 2003).

Tanto os espécimes que foram reparados e depois sujeitos a termociclagem como os que não foram sujeitos a termociclagem, tinham sido previamente envelhecidos durante 30 dias em água destilada, o que, provavelmente eliminou em ambos os casos os radicais livres diminuindo assim, de forma equitativa a resistência do reparo.

Alguns dos resultados obtidos neste estudo, abrem-nos novas hipóteses e informações que precisam de uma explicação mais esclarecida e explícita num futuro próximo.

Nesse sentido, a continuação de novos estudos de investigação que deem seguimento aos resultados agora obtidos, trará maior valor à medicina dentária em geral, e permitirá resolver possíveis lacunas existentes na área da prostodontia fixa em específico.

Conclusões

5. Conclusões

Tanto o tipo de tratamento de superfície como a utilização do protocolo adesivo, influenciaram os valores de resistência adesiva ao cisalhamento.

Por outro lado, o envelhecimento por termociclagem não mostrou ter influências no comportamento da adesão assim como na distribuição do tipo de falha de união.

A utilização de adesivo aumentou os valores de adesão e fez com que houvesse menos falhas do tipo adesivo

A influência do tratamento de superfície dependeu do protocolo adesivo para o tipo de falha.

A utilização do condicionamento com o ácido fosfórico, fez com que houvesse baixos valores de adesão tanto com adesivo como sem ele.

Referências Bibliográficas

1. Balkenhol M *et al.* Mechanical properties of provisional crown and bridge materials: Chemical-curing versus dual-curing systems. J Dent 2007; 36(1):15-20.
2. Shillingburg H *et al.* Restaurações Provisórias. In: Shillingburg H *et al.* Fundamentos de Prótese fixa, 3ª ed. São Paulo: Quintessence Publishing, 1998: 183-209.
3. Burns DR *et al.* A review of selected dental literature on contemporary provisional fixed prosthodontic treatment: report of the Committee on Research in Fixed Prosthodontics of the Academy of Fixed Prosthodontics. J Dent 2003; 90(5):474-972.
4. Kim S *et al.* Polymerization shrinkage-strain kinetics of temporary crown and bridge materials. Dent Mater 2004; 20(1):88-95.
5. Wassell R, St George G, Ingledew RP, Steele JG. Crowns and other extra-coronal restorations: provisional restorations. Br Dent J. 2002; 192(11):619-22, 625-30.
6. Kerby, RE. *et al.* Mechanical properties of urethane and bis-acryl interim resin materials. J Prosthet Dent. 2013; 110:21-28.
7. Young HM, Smith CT, Morton D. Comparative in vitro evaluation of two provisional restorative materials. J Prosthet Dent. 2001; 85(2):129-32.
8. Strassler HE, Lowe RA. Chairside resin-based provisional restorative materials for fixed prosthodontics. Compend Contin Educ Dent. 2011; 32(9):10-14 .
9. Balkenhol M *et al.* Effect of surface condition and storage time on the repairability of temporary crown and fixed partial denture materials. J Dent 2008; 36(11):861-72.
10. Hagge MS. Shear Bond Strength of Bis-acryl Composite Provisional Material Repaired with Flowable Composite. J Esthet Restor Dent 14:47-52, 2002
11. Chen *et al.*, Shear bond strength of provisional restoration materials repaired with light-cured resins. Oper Dent 2008;33(5):508-15.
12. David M. Bohnenkamp and Lily T. Garcia. Repair of bis-acryl provisional restorations using flowable composite resin. J Prosthet Dent 2004; 92:500-2.
13. Bonstein T, Garlapo D, Donarummo J Jr, Bush PJ. Evaluation of varied repair protocols applied to aged composite resin. J Adhes Dent. 2005; 7(1):41-9.

14. Watanabe LG, Marshall GW Jr, Marshall SJ. Variables influence on shear bond strength testing to dentin. In: Tagami J, Toledano M, Prati C, eds. Advanced adhesive dentistry 3rd International Kuraray Symposium: December 3-4, 1999, Granada, Spain. 1st ed. Cirimido, Italy: Grafiche Erredue; 2000:75-90.
15. Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blutstein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. J Prosthet Dent. 1997; 77(2):122-6.
16. Seabra *et al.* Resistência adesiva de resina fluída composta ao Bis-acrílico: estudo preliminar. Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac. 2013; 54 :27-28.
17. Almeida JX, Deprá MB, Marquezan M, Retamoso LB, Tanaka O Effects of surface treatment of provisional crowns on the shear bond strength of brackets. Dental Press J Orthod 2013; 18(4):29-34.
18. Voco. 2013. Futurabond U - Folder [Online]. Available: http://www.voco.com/pt/products/_products/futurabond_u/.
19. Voco. 2013. Futurabond U – Instructions for use [Online]. Available: http://www.voco.com/pt/products/_products/futurabond_u/.
20. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. J Dent Res. 2005; 84(2):118-32.
21. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. J Dent. 1999;27(2):89-99.
22. Miyazaki M, Sato M, Onose H, Moore BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. Am J Dent 1998; 11:118-122.
23. Nikaido T *et al.* Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. Dental Materials. 2002; 18: 269–2753.
24. Shim *et al.* Shear Bond Strength of Four Different Repair Materials Applied to Bis-acryl Resin Provisional Materials Measured 10 Minutes, One Hour, and Two Days After Bonding. Oper Dent 2014;39(4)::147-53.

25. Garcia, FCP *et al.* Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/dentina. Rev. Fac. Odontol. Bauru. 2002;10(3):118-27
26. Mitsaki *et al.* An in vitro study of the tensile strength of composite resins repaired with the same or another composite resin. Berlin: Quintessence International. 1991, 22(6):475-481.
27. Yap AU, Quek CE, Kau CH. Repair of new-generation tooth-colored restoratives: methods of surface conditioning to achieve bonding. Oper Dent 1998; 28:173-178.
28. Blakey R, Mah J. Effects of surface conditioning on the shear bond strength of orthodontic brackets bonded to temporary polycarbonate crowns. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 2010;138(1):72-8.
29. Al Jabbari YS, Al Taweel SM, Al Rifaiy M, Alqahtani MQ, Koutsoukis T, Zinelis. Effects of surface treatment and artificial aging on the shear bond strength of orthodontic brackets bonded to four different provisional restorations. Angle Orthod. 2014;84(4):649-55.
30. Vahidi F. The provisional restoration. Dent Clin North Am. 1987; 31(3):363-81.
31. Koumjian JH, Nimmo A. Evaluation of fracture resistance of resins used for provisional restorations. Journal of Prosthetic Dentistry 1990; 64:654-7.
32. Iilken Kocaderelli, Senay C, Kivanc A. Tensile bond strength of ceramic orthodontic brackets bonded to porcelain surfaces. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2001; 119:617-20.
33. Ozcan M, *et al.* Bonding polycarbonate brackets to ceramic: effects of substrate treatment on bond strength. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2004;126:220-7.
34. Shortall AC, Baylis RL, Wilson HJ. Composite inlay/luting resin bond strength: surface treatment effects. J LV 1996; 24:129-135.
35. Gough M. A review of temporary crowns and bridges. Dental Update 1994; 21(5):203-7.
36. Balkenhol M *et al.* Provisional crown and fixed partial denture materials: Mechanical properties and degree of conversion. Dent Mater 2007; 23(12):1574-83.

37. Moressi A *et al.* Thermal cycling for restorative materials: Does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *JMBBM* 2014; 29: 295-308.
38. Knobloch, LA et al. Relative fracture toughness of bis-acryl interim resin materials. *J Prosthet Dent* 2011;106:118-125
39. Wood M, Halpern BG, Lamb MF. Visible light-cured composite resins: an alternative for anterior provisional restorations. *J Prosthet Dent* 1984;51: 192-4.
40. Teixeira EC, Bayne SC, Thompson JY. Shear bond strength of self-etching bonding systems in combination with various composites used for repairing aged composites. *J Adhes Dent* 2005; 7:159–64.
41. Howard E. Strassler and Robert A. Lowe. Chairside Resin- Based Provisional Restorative Materials for Fixed Prosthodontics. *Compendium* 2011; 32(9): 10-20.
42. Hammond, Cooper and Lazarchik DA. Predictable repair of provisional restorations. *J Esthet Restor Dent.* 2009; 21(1):19-24.
43. Diaz-Arnold AM, Dunne JT, Jones AH. Microhardness of provisional fixed prosthodontic materials. *J Prosthet Dent.* 1999; 82(5):525-8.
44. Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J Dent* 2003; 31(8):521-5.

Anexos

Valores de SBS e tipo de falha em cada grupo

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
1	1	1	0	1	12,4	2,524	1
1	2	1	0	1	24	4,893	1
1	3	1	0	1	**	1,014	1
1	4	1	0	1	19,7	4,013	1
1	5	1	0	1	15,6	3,186	1
1	6	1	0	1	2,25	4,573	1
1	7	1	0	1	13,8	2,815	1
1	8	1	0	1	13,6	2,777	1
1	9	1	0	1	10	2,028	1
1	10	1	0	1	12,8	2,606	1

Tabela1: Valores relativos ao grupo 1 (Sem condicionamento).

**Falha na montagem do espécime na máquina Instron. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
2	1	2	0	1	7,6	1,544	1
2	2	2	0	1	15,4	3,135	1
2	3	2	0	1	9,8	2,005	1
2	4	2	0	1	11,3	2,298	1
2	5	2	0	1	19,1	3,883	1
2	6	2	0	1	9,4	1,922	1
2	7	2	0	1	**	0,772	1
2	8	2	0	1	16,9	3,449	1
2	9	2	0	1	18,4	3,75	1
2	10	2	0	1	**	0,772	1

Tabela 2: Valores relativos ao grupo 2 (Condicionamento com ácido fosfórico vococid).

**Falha na montagem do espécime na máquina Instron. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
3	1	3	0	1	24,7	5,028	1
3	2	3	0	1	20	4,078	1
3	3	3	0	1	29	5,908	1
3	4	3	0	1	**	2,039	1
3	5	3	0	1	45,1	9,188	1
3	6	3	0	1	21	4,274	1
3	7	3	0	1	20,7	4,225	1
3	8	3	0	1	37,7	7,682	1
3	9	3	0	1	42,9	8,746	1
3	10	3	0	1	28,2	5,739	1

Tabela 3: Valores relativos ao grupo 3 (Jateamento com partículas de óxido de alumina).

**Falha na montagem do espécime na máquina Instron. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
4	1	4	0	1	31,4	6,391	1
4	2	4	0	1	9,9	2,007	1
4	3	4	0	1	16,6	3,392	1
4	4	4	0	1	23,9	4,861	1
4	5	4	0	1	13,2	2,687	1
4	6	4	0	1	37,9	7,715	1
4	7	4	0	1	21,3	4,347	1
4	8	4	0	1	34,4	7,012	1
4	9	4	0	1	22,3	4,551	1
4	10	4	0	1	30,5	6,222	1

Tabela 4: Valores relativos ao grupo 4 (Asparização com broca diamantada).

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
5	1	1	1	1	24,8	5,046	1
5	2	1	1	1	71,9	14,64	2
5	3	1	1	1	81,7	16,65	2
5	4	1	1	1	109,6	15,73	2
5	5	1	1	1	104,5	21,29	3
5	6	1	1	1	73,6	15	2
5	7	1	1	1	74,1	15,09	2
5	8	1	1	1	105,1	21,41	3
5	9	1	1	1	68,2	13,89	2
5	10	1	1	1	13,5	2,742	1

Tabela 5: Valores relativos ao grupo 5 (sem condicionamento + adesivo Futurabond U).

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
6	1	2	1	1	28	5,698	1
6	2	2	1	1	14,6	2,974	1
6	3	2	1	1	26,1	5,323	1
6	4	2	1	1	40,2	8,187	1
6	5	2	1	1	26	5,295	1
6	6	2	1	1	24,6	5,018	1
6	7	2	1	1	15,3	3,111	1
6	8	2	1	1	9	1,83	1
6	9	2	1	1	17,8	3,628	1
6	10	2	1	1	64,7	13,19	1

Tabela 6: Valores relativos ao grupo 6 (Condicionamento com ácido fosfórico vococid + adesivo Futurabond U)

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
7	1	3	1	1	35,3	7,187	1
7	2	3	1	1	62,9	12,82	1
7	3	3	1	1	53	10,79	1
7	4	3	1	1	65,4	13,33	1
7	5	3	1	1	72,6	14,79	1
7	6	3	1	1	48,8	9,943	1
7	7	3	1	1	89,1	18,16	2
7	8	3	1	1	88,8	18,08	3
7	9	3	1	1	58,4	11,91	1
7	10	3	1	1	58,1	11,85	1

Tabela 7: Valores relativos ao grupo 7 (Jateamento com partículas de óxido de alumina + adesivo Futurabond U).

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
8	1	4	1	1	89	18,13	2
8	2	4	1	1	101,8	20,74	3
8	3	4	1	1		15,56	1
8	4	4	1	1	103,3	21,04	3
8	5	4	1	1	155,6	23,55	3
8	6	4	1	1	67	13,65	2
8	7	4	1	1	81,2	16,55	2
8	8	4	1	1	50,9	10,37	2
8	9	4	1	1	38,8	7,9	1
8	10	4	1	1	39,7	8,1	1

Tabela 8: Valores relativos ao grupo 8 (Asperização com broca diamantada + adesivo Futurabond U).

Grupos submetidos a termociclagem de 2500 ciclos (5-55°C)

Espécime	Grupo	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
9	1	1	0	2	18,8	3,832	1
9	2	1	0	2	13,6	2,764	1
9	3	1	0	2	18,8	3,838	1
9	4	1	0	2	11,6	2,371	1
9	5	1	0	2	12,6	2,575	1
9	6	1	0	2	8,6	1,748	1
9	7	1	0	2	12	2,441	1
9	8	1	0	2	16,9	3,447	1
9	9	1	0	2	**	0,874	1
9	10	1	0	2	**	0,874	1

Tabela 9: Valores relativos ao grupo 9 (Sem condicionamento. Com termociclagem de 2500 ciclos).

**Falha do espécime durante a termociclagem. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
10	1	2	0	2	14,1	2,879	1
10	2	2	0	2	18,9	3,856	2
10	3	2	0	2	13,4	2,734	1
10	4	2	0	2	16,5	3,357	1
10	5	2	0	2	20,3	4,136	1
10	6	2	0	2	**	1,367	1
10	7	2	0	2	**	1,367	1
10	8	2	0	2	**	1,367	1
10	9	2	0	2	**	1,367	1
10	10	2	0	2	**	1,367	1

Tabela 10: Valores relativos ao grupo 10 (Condicionamento com ácido fosfórico vococid. Com termociclagem de 2500 ciclos).

Espécime	Grupo	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
11	1	3	0	2	39,3	7,998	1
11	2	3	0	2	47,6	9,697	1
11	3	3	0	2	37,8	7,705	1
11	4	3	0	2	30,4	6,187	1
11	5	3	0	2	51,6	10,52	1
11	6	3	0	2	40,1	8,161	1
11	7	3	0	2	32,6	6,649	1
11	8	3	0	2	55	11,2	1
11	9	3	0	2	23,1	4,708	1
11	10	3	0	2	42,6	8,687	1

Tabela 11: Valores relativos ao grupo 11 (Jateamento com partículas de óxido de alumínio. Com termociclagem de 2500 ciclos).

**Falha do espécime durante a termociclagem. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
12	1	4	0	2	47,4	9,66	1
12	2	4	0	2	46,8	9,542	1
12	3	4	0	2	53,1	10,82	1
12	4	4	0	2	5,6	1,132	1
12	5	4	0	2	45,4	9,255	1
12	6	4	0	2	41,4	8,428	1
12	7	4	0	2	45,2	9,202	1
12	8	4	0	2	37,1	7,556	1
12	9	4	0	2	42,1	8,577	1
12	10	4	0	2	6,8	1,394	1

Tabela 12: Valores relativos ao grupo 12 (Asperização com broca diamantada. Com termociclagem de 2500 ciclos).

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
13	1	1	1	2	51,6	10,52	2
13	2	1	1	2	44,3	9,03	1
13	3	1	1	2	79,2	16,13	2
13	4	1	1	2	72,9	14,84	2
13	5	1	1	2	62,4	12,71	1
13	6	1	1	2	32,9	6,7	1
13	7	1	1	2	97,6	19,71	1
13	8	1	1	2	103,2	21,02	2
13	9	1	1	2	80,9	16,48	2
13	10	1	1	2	**	3,35	1

Tabela 13: Valores relativos ao grupo 13 (Sem condicionamento + adesivo futurabond U. Com termociclagem de 2500 ciclos).

**Falha do espécime durante a termociclagem. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
14	1	2	1	2	2,39	4,871	1
14	2	2	1	2	2,3	4,692	1
14	3	2	1	2	2,08	4,231	1
14	4	2	1	2	2,1	4,35	1
14	5	2	1	2	**	2,116	1
14	6	2	1	2	**	2,116	1
14	7	2	1	2	**	2,116	1
14	8	2	1	2	**	2,116	1
14	9	2	1	2	**	2,116	1
14	10	2	1	2	**	2,116	1

Tabela 14: Valores relativos ao grupo 14 (Condicionamento ácido fosfórico + adesivo futurabond U. Com termociclagem de 2500 ciclos).

**Falha do espécime durante a termociclagem. O valor apresentado provém do valor médio entre o valor mais baixo do grupo em questão e o valor zero

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
15	1	3	1	2	31,8	6,476	1
15	2	3	1	2	45,7	9,3	1
15	3	3	1	2	15,8	3,217	1
15	4	3	1	2	43,8	8,931	2
15	5	3	1	2	54,8	11,17	1
15	6	3	1	2	73,1	14,88	1
15	7	3	1	2	104,5	21,29	3
15	8	3	1	2	20,9	4,25	1
15	9	3	1	2	23,8	4,851	1
15	10	3	1	2	114,9	23,41	3

Tabela 15: Valores relativos ao grupo 15 (Jateamento com partículas óxido de alumina + adesivo futurabond U. Com termociclagem de 2500 ciclos).

Tabela 16: Valores relativos ao grupo 16 (Asperização com broca diamantada+ adesivo

Grupo	Espécime	Tratamento	Adesivo FU	Envelhecimento	Força(N)	Resist.(Mpa)	Falha
16	1	4	1	2	46,3	9,44	1
16	2	4	1	2	83,1	16,92	2
16	3	4	1	2	92	18,75	2
16	4	4	1	2	73,6	15	2
16	5	4	1	2	72,6	14,78	2
16	6	4	1	2	59,9	12,19	3
16	7	4	1	2	95,2	19,39	2
16	8	4	1	2	141,9	28,91	3
16	9	4	1	2	97,1	19,79	2
16	10	4	1	2	80,9	16,47	2

futurabond U. Com termociclagem de 2500 ciclos).

Testes estatísticos

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of SBS is the same across categories of envelhecimento_após_adesão.	Independent -Samples Mann-Whitney U Test	,870	Retain the null hypothesis.
Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.				

Imagem 1 - Avaliação da influência do envelhecimento após adesão na resistência de união ao corte (SBS). H0 aceite, não há diferenças estatisticamente significativas. Nível de significância de 0,05.

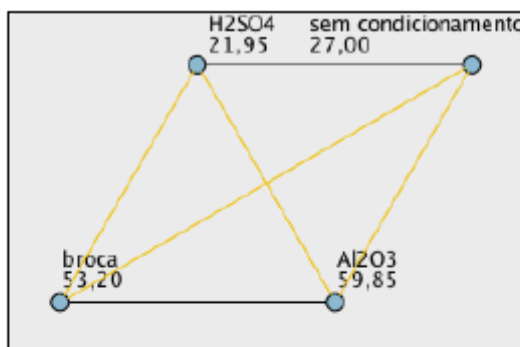
Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of SBS is the same across categories of adesivo_Futurabond_U.	Independent -Samples Mann-Whitney U Test	,000	Reject the null hypothesis.
Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.				

Imagem II com a avaliação da influência da utilização de protocolo adesivo na resistência de união ao corte (SBS). H0 rejeitada, há diferenças estatisticamente significativas. Nível de significância de 0,05.

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of SBS is the same across categories of tratamento.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,000	Reject the null hypothesis.
Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.				

Imagem III com a avaliação da influência do tipo de tratamento (sem adesivo) na resistência de união ao corte (SBS). H0 rejeitada, há diferenças estatisticamente significativas. Nível de significância de 0,05.

Pairwise Comparisons of tratamento



Each node shows the sample average rank of tratamento.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
H2SO4-sem condicionamento	5,050	7,348	,687	,492	1,000
H2SO4-broca	-31,250	7,348	-4,253	,000	,000
H2SO4-Al2O3	-37,900	7,348	-5,158	,000	,000
sem condicionamento-broca	-26,200	7,348	-3,566	,000	,002
sem condicionamento-Al2O3	-32,850	7,348	-4,471	,000	,000
broca-Al2O3	6,650	7,348	,905	,365	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same.
Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Imagem IV, para avaliar em que grupos se encontram as diferenças estatisticamente significativas foi realizado comparações múltiplas – Testes de Mann-Whitney com correção de Bonferroni

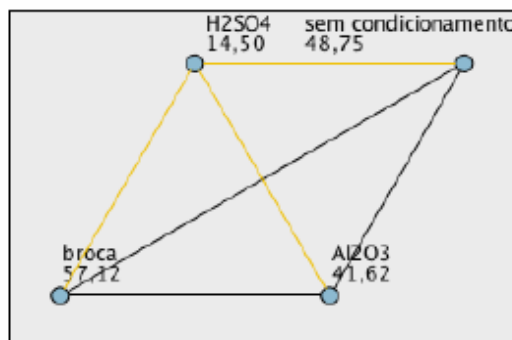
Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of SBS is the same across categories of tratamento.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,000	Reject the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Imagem V com a avaliação da influência do tipo de tratamento (com adesivo) na resistência adesiva às tensões de corte (SBS). H0 rejeitada, há diferenças estatisticamente significativas. Nível de significância de 0,05.

Pairwise Comparisons of tratamento



Each node shows the sample average rank of tratamento.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
H2SO4-Al2O3	-27,125	7,347	-3,692	,000	,001
H2SO4-sem condicionamento	34,250	7,347	4,662	,000	,000
H2SO4-broca	-42,625	7,347	-5,802	,000	,000
Al2O3-sem condicionamento	7,125	7,347	,970	,332	1,000
Al2O3-broca	-15,500	7,347	-2,110	,035	,209
sem condicionamento-broca	-8,375	7,347	-1,140	,254	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same.
Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Imagem VI para avaliar em que grupos se encontram as diferenças estatisticamente significativas foi realizado comparação múltiplas – Testes de Mann-Whitney com correção de Bonferroni

Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of falha is the same across categories of envelhecimento_após_adesão.	Independent -Samples Mann-Whitney U Test	,925	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Imagem VII com a avaliação do envelhecimento por termociclagem após adesão na distribuição do tipo de falha. H0 aceite,não há diferenças estatisticamente significativas. Nível de significância de 0,05.

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of falha is the same across categories of adesivo_Futurabond_U.	Independent-Samples Mann-Whitney U Test	,000	Reject the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Imagem VIII com a avalia  o da utiliza  o do protocolo adesivo na distribui  o do tipo de falha. H0 rejeitada, h  diferen as estatisticamente significativas. N vel de signific ncia de 0,05.

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of falha is the same across categories of tratamento.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,392	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Imagem IX com a avalia  o da influ ncia do tipo de tratamento (sem adesivo) na distribui  o do tipo de falha. H0 aceite, n o h  diferen as estatisticamente significativas. N vel de signific ncia de 0,05.

Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of falha is the same across categories of tratamento.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,000	Reject the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Pairwise Comparisons of tratamento



Each node shows the sample average rank of tratamento.

Sample 1-Sample 2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
H2SO4-Al2O3	-11,300	6,494	-1,740	,082	,491
H2SO4-sem condicionamento	24,450	6,494	3,765	,000	,001
H2SO4-broca	-32,250	6,494	-4,966	,000	,000
Al2O3-sem condicionamento	13,150	6,494	2,025	,043	,257
Al2O3-broca	-20,950	6,494	-3,226	,001	,008
sem condicionamento-broca	-7,800	6,494	-1,201	,230	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Imagem X com a avaliação da influência do tipo de tratamento (com adesivo) na distribuição do tipo de falha. H0 rejeitada, há diferenças estatisticamente significativas. Nível de significância de 0,05. Para avaliar em que grupos se encontram as diferenças estatisticamente significativas foi realizado comparação múltiplas – Testes de Mann-Whitney com correção de Bonferroni